



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT

EIDGENÖSSISCHES AMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

Internationale Klassifikation: **B 01 d 3/28**
B 01 d 15/08
B 01 k 5/00
 //
G 01 n 31/00

Gesuchsnummer: 17346/66
 Anmeldungsdatum: 5. Dezember 1966, 17 1/2 Uhr
 Priorität: Südafrika, 8. Dezember 1965
 (65/6633)
 Patent erteilt: 31. Mai 1971
 Patentschrift veröffentlicht: 15. Juli 1971

S

HAUPTPATENT

Victor Pretorius, Waterkloof, und Hans Helmut Hahn, Pretoria (Südafrika)

**Vorrichtung für Trennverfahren, Verfahren zum Betrieb der Vorrichtung
 und Verfahren zur Herstellung einer solchen Vorrichtung**

Victor Pretorius, Waterkloof, und Hans Helmut Hahn, Pretoria (Südafrika), sind als Erfinder genannt worden

1

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Vorrichtung für Stoffaustauschtrennverfahren, ein Verfahren zum Betrieb der Vorrichtung und ein Verfahren zur Herstellung der Vorrichtung.

Gemäß einer speziellen Ausführung der Erfindung ist die Trennvorrichtung eine chromatographische Vorrichtung, z. B. Trennsäulen. In bekannten chromatographischen Trennsäulen wird die Trennfähigkeit von der Uneinheitlichkeit beeinträchtigt, die sich aus ungleichmäßigen Füllichten und uneinheitlicher Korngröße ergibt, wobei letztere aus wirtschaftlichen Erwägungen bisher schwer vermeidbar war, während erstere sich aus technischen Gründen praktisch nicht vermeiden lassen und beide Faktoren teilweise miteinander zusammenhängen. Störungen der Füllungsgleichmäßigkeit längs der Säulenwandung und die sich daraus ergebenden Porositätsabweichungen gegenüber dem Säuleninnern stellen ein äußerst schwerwiegendes und praktisch unvermeidbares Problem selbst mit den besten dichtgepackten Pulverfüllungen dar. Ähnliche Schwierigkeiten sind jedoch auch aus Füllkörpersäulen für die Destillation bzw. die Adsorption bekannt. Ein wesentliches Ergebnis solcher Unzulänglichkeiten ist ein stark entwickeltes, häufig unregelmäßiges Geschwindigkeitsprofil (Fingerbildung) quer zur Nettoströmungsrichtung, woraus sich seinerseits eine erhöhte Bodenhöhe ergibt.

In der Chromatographie kann man das Strömungsprofil durch Vermischung der fördernden Phase (bewegliche Phase) in Querrichtung zur Nettoströmungsrichtung (also radialer Vermischung im Falle gewöhnlicher Trennsäulen) glätten und abflachen. Die Dichte der meisten herkömmlichen Füllungen wirkt einer solchen Vermischung sowohl direkt entgegen als auch indirekt durch die Erschwerung der Erzielung hoher Strömungsgeschwindigkeiten. Bei kornförmigen Füllungen läßt sich die Porosität durch weniger dichte Schüttung erhöhen,

2

woraus sich jedoch eine häufig unerwünschte mechanische Unstabilität ergibt.

Zweck der Erfindung ist es, die oben genannten Nachteile ganz oder mindestens teilweise zu beseitigen.

Ein weiteres Ziel ist eine verhältnismäßig große bzw. gleichmäßig zugängliche wirksame Oberfläche der Füllung sowie eine verhältnismäßig hohe Durchlässigkeit und ein geringer Druckverlust.

Die Erfindung bezweckt ferner, dem Fachmann eine sehr große neue Auswahl verschiedener Oberflächen zu bieten, damit für die verschiedensten Verwendungszwecke, was chemische Stabilität und andere erwünschte Eigenschaften betrifft, die Vorteile der Erfindung gegenüber herkömmlichen Trennsäulen für möglichst viele Verwendungszwecke zur Geltung kommen. Die Erfindung bietet ferner Variationsmöglichkeiten bezüglich Starrheit bzw. Elastizität oder Biegsamkeit des Säulenmaterials je nach den Erfordernissen.

Die Erfindung bietet insbesondere fast unbeschränkte Variationsmöglichkeiten, was die Porengröße der Säule und das Gesamtporenvolumen betrifft, das in einzelnen Anwendungen bis zu etwa 97 % des Gesamtvolumens betragen kann.

Gewisse Ausführungen der Erfindung zeichnen sich durch außergewöhnliche Leichtigkeit bzw. geringe Kosten aus, wobei beides für die Konstruktion von Trenngeräten für den Großbetrieb erhebliche Bedeutung hat.

Ein weiterer Vorteil, der sich, falls erforderlich, mit gewissen Ausführungen erreichen läßt, ist die Vermeidung bevorzugter Flüssigkeitsansammlungen, z. B. der chromatographischen zurückhaltenden (stationären) Phase an den Berührungsstellen zwischen den Einzelteilen der Füllung.

Die oben genannten Ziele bzw. erreichbaren Vorteile brauchen nicht unbedingt alle gleichzeitig bzw. im gleichen Maße verwirklicht zu werden, da der Schwer-

punkt jeweils den Erfordernissen des Einzelfalles angepaßt werden kann.

Die Erfindungsvorschläge lassen sich auch auf Träger für das Trennmittel in der Dialyse und ganz allgemein besonders auf solche Trennverfahren anwenden, bei denen eine möglichst wirksame Berührung zwischen zwei Phasen angestrebt wird.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist eine Vorrichtung für Trennverfahren, bei welchen die zu trennenden Stoffe jeweils zwischen zwei sich berührenden Phasen einem Phasen-Gleichgewicht zustreben, wobei die eine Phase durch einen porösen Trennraum an der anderen Phase entlangströmt, und die Berührung zwischen den Phasen an den Porenoberflächen des Trennraumes stattfindet. Diese Vorrichtung ist dadurch gekennzeichnet, daß das poröse Material (7) im Raum (8) im wesentlichen die Porentextur eines offenporigen Schaumes besitzt, wobei Poren des Schaumes Kanäle für die jeweils durch den Raum strömende Phase bzw. Phasen darstellen und entweder die Oberfläche des Schaumes selbst oder ein auf dieser Oberfläche befindliches Material die zweite Phase darstellt.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsart der Erfindung befindet sich das poröse Material in einem wandumschlossenen, mit Einlaß- und Auslaßöffnungen versehenen Raum.

In dieser Definition soll der Ausdruck «Trägermaterial für eine der Phasen» auch den besonderen Fall umschließen, wo die nackte Oberfläche der Füllung selbst als eine solche Phase dient. Der Ausdruck «Träger» heißt auch nicht unbedingt, daß die andere Phase sich relativ zur Füllung im Stillstand befindet, da dies z. B. Destillationssäulen ausschließen würde, in welchen die flüssige Phase unter allen Umständen abwärts über die Oberfläche der Säulenfüllung im Gegenstrom mit der durch die Poren der Füllung aufsteigenden Dampfphase fließt.

Vorzugsweise sind die Porositäitseigenschaften des gesamten Trägermaterials sowohl quer zur Nettoströmungsrichtung als auch in der Nettoströmungsrichtung selbst im wesentlichen einheitlich.

Die Erfindung betrifft ferner ein Verfahren zum Betrieb der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Trennung von Stoffen, das dadurch gekennzeichnet ist, daß die eine Phase durch die Poren des porösen Materials mit der Porentextur eines offenporigen Schaumes strömen gelassen wird und die andere Phase an der Porenoberfläche des Schaumes berührt und über diese Phase hinwegströmt, wobei die andere Phase entweder vom offenporigen Schaum bzw. dessen Oberfläche selbst dargestellt wird oder auf der Oberfläche aufgetragen ist.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung einer bevorzugten erfindungsgemäßen Vorrichtung. Dieses Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß das Material in flüssiger Form entweder mit der Porentextur eines offenporigen Schaumes versehen und dann fixiert wird, oder mit einem entfernbaren festen Material versehen, fixiert und das feste Material unter Zurücklassung von Poren entfernt wird, und davor oder danach in einen von Wänden umschlossenen Raum eingeschlossen wird, der entsprechende Einlaß- und Auslaßöffnungen besitzt. Bei diesem Verfahren kann die Oberfläche der Poren nach der Fixierung mit einer stationären Phase beschichtet werden.

Aus der folgenden, mehr ins einzelne gehenden Beschreibung und Erläuterung der Erfindung, weitgehend unter Bezugnahme auf besondere Beispiele und zum

Teil mit Bezug auf die Zeichnungen, werden weitere bzw. bevorzugte Kennzeichen oder Vorteile der Erfindung ersichtlich. Wegen der besonderen Vorteile der Anwendung der Erfindung auf die Chromatographie soll diese ganz besonders betont werden.

In den Zeichnungen stellen dar:

Fig. 1 eine diagrammatische Ansicht verschiedener Stadien der Herstellung eines Füllmaterials für eine erfindungsgemäße Verteilungstrennvorrichtung,

Fig. 2 eine allgemeine Ansicht der Struktur einer anderen Ausführung des Füllmaterials für die Zwecke der Erfindung,

Fig. 3 und 4 schematische Schnitte durch einige typische Beispiele der erfindungsgemäßen Vorrichtung,

Fig. 5 eine erfindungsgemäße Vorrichtung zur chromatographischen zweidimensionalen Elution,

Fig. 6 eine weitere erfindungsgemäße Ausführung zur chromatographischen Elution in einer Dimension und gleichzeitigen selektiven Beförderung von Stoffen längs eines Potentialgradienten in einer weiteren Dimension und

Fig. 7 ein mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens erhaltenes Gaschromatogramm.

Fig. 1 zeigt ein Pulver, das im wesentlichen aus kugelförmigen Teilchen besteht, die sich in einem willkürlichen Schüttzustand befinden. Dieser Zustand ist normalerweise uneinheitlich und entspricht im wesentlichen dem der herkömmlichen Säulenfüllung in der Chromatographie oder der Füllkörpersäule für die Destillation oder Adsorption (z. B. Glasperlen). Wenn die Teilchen massiv sind bzw. wenn man blinde Poren solcher Füllmaterialien, wie beispielsweise Kieselgur, außer Betracht läßt, beträgt das Hohlraumvolumen höchstens 40 % des Gesamtvolumens und dies auch nur dann, wenn wie im gezeigten Beispiel, die Teilchen alle etwa die gleiche Größe besitzen, z. B. durch Aussieben. In Wirklichkeit sind die Teilchen herkömmlicherweise meist von sehr verschiedener Größe, was den Hohlraumanteil weiter verringert.

In der Durchführung der Erfindung wird vorzugsweise ein Hohlraumvolumen von mindestens 45 %, vorzugsweise mehr, angestrebt, wobei blinde Poren außer Betracht gelassen werden. Ferner muß eine einheitliche Porosität versichert werden, und zwar in bezug auf die Verteilung der Porengrößen und Formen sowie auf die Gesamtporosität, und zwar mindestens für die gesamte Füllung quer zur Nettoströmungsrichtung gemessen und vorzugsweise auch in Richtung der Nettoströmung selbst. In der willkürlichen Schüttung ist eine solche Einheitlichkeit völlig unwahrscheinlich, selbst im Innern der Füllung und ganz besonders in der Nähe der umschließenden Wandungen.

Die beste praktische Probe auf Einheitlichkeit dürfte wohl die eigentliche Trennfähigkeit selbst sein, und obwohl es schwer ist, allgemeingültige Richtlinien festzulegen, läßt sich im allgemeinen sagen, daß eine Füllung, in welcher lokale Variationen 20 %, vorzugsweise 1 %, nicht überschreiten, eine im Vergleich zum Stand der Technik ausgezeichnete Einheitlichkeit besitzt.

Um dies zu erreichen, wird gemäß einer Ausführung das Material 1 in an sich bekannter Weise in den Wirbelschichtzustand versetzt, d. h. durch Einblasen eines gleichmäßig verteilten Wirbelmittels, z. B. Luft, von unten her, bis die Pulverschicht turbulent wird und die Fließeigenschaften eines dünnen kochenden Breies annimmt. Danach wird die Luftgeschwindigkeit verringert,

bis die Turbulenz gerade völlig aufhört, wobei die Teilchen einander gerade berühren und sich in dem genau festgelegten metastabilen Zustand der losesten Raumerfüllung 2 befinden, in welchen der Luftstrom gerade die Neigung der Teilchen ausgleicht, einen dichteren Schüttzustand anzunehmen. Die Bildung des erforderlichen einheitlichen metastabilen Zustands läßt sich mittels Vibration fördern. In diesem Zustand mit einem Gesamthohlraumvolumen von 48 % werden die Teilchen sodann miteinander verklebt. Beispielsweise bestehen die Teilchen aus einem sinterbaren Material bzw. sind damit beschichtet, z. B. Glas- oder Metallperlen, Wachs, thermoplastischer Kunststoff wie Polykohlenwasserstoffe, Polyvinylchlorid, Fluorkohlenstoffkunststoffe, Polyamide, chlorinierte Polyäther, Silikonharze, Polyakrylate oder ungehärtete bzw. teilweise gehärtete Duroplaste, z. B. Epoxharz in der B-Stufe der Härtung, in welcher der Kunststoff bei Zimmertemperatur fest ist, sich aber noch sintern läßt. Einige Polymerisationsverfahren ergeben von selbst im wesentlichen kugelförmige Teilchen. Solche Pulver werden dann, falls erforderlich, lediglich zur Erzielung eines engen Größenbereiches ausgesiebt.

Andere Rohstoffe lassen sich durch Gießen des geschmolzenen Materials durch ein Sieb in kugelförmige Teilchen umwandeln (Schrotturn-Verfahren). Das Sintern der Teilchen zur Fixierung im ausgedehnten metastabilen Zustand des Materials wird gemäß einer Ausführung durch Erhöhung der Temperatur des Auflockerungsmittels sowie der Temperatur des Gefäßes, in welcher die Auflockerung stattfindet, durchgeführt.

Die Zwischenräume 3 werden nun mit einer verfestigbaren flüssigen Masse, z. B. mit einem Duroplastikanstoff, z. B. Epoxkunststoff, gefüllt. Nach der Härtung des Kunststoffs wird das ursprüngliche körnige Material 4 aus dem Aggregat entfernt, beispielsweise durch Lösung, Schmelzung oder Abdampfung, und es bleibt dann ein poröser Körper 5 mit einem Hohlraumvolumen von 52 % zurück.

Eine etwas ähnliche Textur erhält man, wenn man das gesinterte bzw. verklebte Produkt 2 beispielsweise durch Druck von innen so weit ausdehnt, bis die Perlen sich strecken und verziehen und eine ähnliche Form und Anordnung wie bei 5 annehmen. Es wird beispielsweise vorgeschlagen, für diesen Zweck die Hohlräume 3 mit einem unter Wärme- oder Lösungsmiteleinwirkung sich ausdehnenden Stoff zu füllen, der nach der Ausdehnung beispielsweise durch Herauslösung bzw. Herausverdunstung entfernt wird.

Es ist auch möglich, die Perlen 1 mit einem Klebmittel zu überziehen, das nach Erreichen des Zustandes 2 durch Wärme oder zeitweiliger Einführung eines Lösungsmitteldampfes oder chemischer Reagenz klebrig gemacht wird. In ähnlicher Weise können auch massive Polymethylmethakrylat-Teilchen zusammengeklebt werden, indem man zeitweilig der Luft oder anderem Auflockerungsmittel eine ausreichende Menge Chloroform zugibt.

Zum Sintern ist es auch möglich, die Wärme dielektrisch anzuwenden, falls die Teilchen einen hohen elektrischen Widerstand besitzen, wie im Falle der meisten soeben aufgezählten Stoffe. Im Falle metallischer Teilchen oder Teilchen mit einem Metallkern ist es auch möglich, die Sinterwärme durch Induktion anzuwenden.

Vorausgesetzt, daß die Reibung zwischen den Teilchen äußerst gering und die Teilchen äußerst gleichförmig

und rund sind, läßt sich auch ein weiterer genau festgelegter und völlig einheitlicher Zustand 6, nämlich der der dichtesten Teilchenanordnung, erreichen. Nach Verklebung der Teilchen ergibt sich ein Hohlraumvolumen von nur 26 %. Falls andererseits ein Aggregat mit den Teilchen in diesem Zustand, eingebettet in einem nachträglich erstarrten Grundgefüge, hergestellt wird, wonach man die Teilchen aus dem Grundgefüge entfernt, so ergibt sich ein poröser Körper mit einem Hohlraumvolumen von 74 %, was für die Zwecke der Erfindung sehr günstig ist.

Das gleiche Verfahren angewandt auf ein Aggregat, in welchem die Teilchen willkürlich gemäß 1 angeordnet sind, ergibt ein Hohlraumvolumen des Grundgefüges nach Entfernung der Teilchen von etwa 60 %. Vorausgesetzt, daß die ursprünglichen Teilchen sich alle in einem engen Korngrößenbereich befanden und wenigstens annähernd gleichmäßig geschüttet waren, so wird das poröse zusammenhängende Grundgefüge den praktischen Erfordernissen an gleichmäßiger Porosität für die Zwecke der Erfindung genügen, selbst da, wo das willkürlich geschüttete Pulver selbst diesen Ansprüchen nicht entsprach. Die Begründung hierfür liegt darin, daß im porösen Grundgefüge die Porenformen und -größen genau den vorausbestimmbaren Formen und Größen der nachträglich entfernten Teilchen entsprechen.

In den verschiedensten Ausführungen dieser Art kann das Grundgefüge organisch oder anorganisch sein. Es läßt sich in Form einer Flüssigkeit oder eines semi-flüssigen Stoffes anwenden, der nachträglich beispielsweise durch chemische Reaktion aushärtet. Beispiele sind Duroplaste wie Polyester oder Epoxkunststoff oder anorganische Kitte wie Sorrel-Zement oder für einige Zwecke sogar Portlandzement oder Gips. Für einige Zwecke wäre es selbst denkbar, ein kolloidales System, z. B. eine Tonaufschwemmung, zu verwenden, die nachträglich durch Wasserverlust erhärtet und die dann, falls erforderlich, mit oder ohne Glasur gebrannt werden kann. Andere Materialien für das Grundgefüge, z. B. schmelzbare Kunststoffe, Wachse, Metalle und Gläser mit niedrigem Schmelzpunkt, werden im geschmolzenen Zustand verwendet und durch Abkühlung erstarren gelassen.

Das körnige Material wird je nach dem Grundgefüge so gewählt, daß die nachträgliche Entfernung der Körner das Grundgefüge nicht beschädigt. Geeignete Stoffe zur nachträglichen Entfernung durch Schmelzen sind Wachserperlen, Kunststoffe oder Metalle mit niedrigerem Schmelzpunkt als das Gefüge. Metallperlen lassen sich auch mit Säuren ausätzen. Perlen aus Wachs, bituminösen oder anderen organischen Stoffen lassen sich auch mit entsprechenden organischen Lösungsmitteln herauslösen. Schwefelperlen können herausgeschmolzen oder mit Schwefelkohlenstoff herausgelöst werden, Perlen der verschiedensten Salze, Gelatine, Stärke oder dergleichen lassen sich auch mit Wasser herauslösen. Die meisten organischen und einige anorganische Stoffe lassen sich auch durch Verdunstung mit Wärmeanwendung entfernen, in einigen Fällen mittels Zersetzung.

Der Ausdruck «Füllmaterial», wie er in dieser Beschreibung zur Anwendung kommt, ist im breiten loseren Sinne entsprechend dem Sprachgebrauch dieser Fachrichtung zu verstehen, d. h. im Sinne eines Materials, womit eine Säule oder ähnliche Vorrichtung mit abwechselnd massiven und hohlen Stellen (Poren) gefüllt wird. Der Ausdruck «Poren» ist in diesem Zusammen-

menhang auch im breiteren Sinne zu verstehen in Abhängigkeit von den übrigen Dimensionen der Säulen oder ähnlichen Vorrichtungen. Die verschiedensten Porenformen und -größen sind möglich. Gemäß einer äußersten und für viele Zwecke bevorzugten Ausführung sind die Hohlräume bzw. Poren bei weitem das überwiegende Kennzeichen der Füllung, wobei der Festkörperanteil nur in Form einer Skelettstruktur von etwa 3 %, z. B. zwischen 2 und 5 % des Gesamtsäulenvolumens, vorliegt. Ein solcher Schaum läßt sich aus einem beliebigen Material herstellen, das den Ansprüchen der Füllung entspricht und gleichzeitig in einen Schaum organischer oder anorganischer Zusammensetzung verwandelbar ist. Als Beispiele schäumbarer anorganischer Stoffe seien Glas, Schlacke, kalkhaltige Bindemittel einschließlich Portland und verwandter Zementmischungen, Gips und dergleichen genannt.

Als Beispiele verwendbarer organischer Stoffe seien insbesondere die verschiedensten Kunststoffklassen genannt. Die ideale Schaumstruktur ist aus Fig. 2 ersichtlich, die mit verschiedenen handelsüblichen Schaumkunststoffen erreichbar ist. Die Textur ist beispielsweise aus verschiedenen biegsamen Polyuräthanschäumen, insbesondere des Polyäthertyps, bekannt. In an sich bekannter Weise lassen sich die Porengrößen binnen breiter Grenzen einstellen. Silikon- und andere Schäume mit offener Porenstruktur haben einen ähnlichen Aufbau. Die Herstellung der Schaumstruktur hängt von der Art des schäumbaren Materials ab.

Manche schäumbaren Materialien lassen sich beispielsweise durch Aufwirbeln mit Gas oder Luft und nachträgliche Härtung, z. B. durch chemische Reaktion, insbesondere Polymerisation oder Polykondensation oder durch Abkühlung (Gefrierung), unmittelbar in einen Schaum der erwünschten offenen Porenstruktur verwandeln.

Ein wäßriger Schaum läßt sich beispielsweise mit Hilfe entsprechender oberflächenaktiver Schaummittel, z. B. Natriumalkylarylsulfonaten, Natriumlaurylsulfonat und dergleichen, herstellen und dann durch die Erstarrung eines im wäßrigen System enthaltenen oder nachträglich eingeführten Kunststoffes härten. Der Kunststoff kann beispielsweise Harnstoff-Formaldehyd sein, dessen Härtung durch Säuren, beispielsweise Phosphor- oder Oxalsäure, katalysiert wird. Harnstoff-Formaldehyd-Schäume und Verfahren zu deren Herstellung sind an sich bekannt und brauchen nicht weiter besprochen zu werden. Die Festigkeit von Harnstoff-Formaldehyd-Schäumen läßt sich, falls erforderlich, durch verschiedene Zusätze verbessern. In etwas ähnlicher, an sich bekannter Weise ist auch die Herstellung von Melamin-Formaldehyd und Phenol- oder Resorzin-Formaldehyd-Schäumen möglich. Diese Schäume lassen sich mit einer sehr gleichmäßigen Porenverteilung herstellen.

In einigen Fällen werden Kunststoff- oder andere Schäume (sowohl mit offener als geschlossener Porenstruktur) durch die Entwicklung eines Gases infolge der chemischen Reaktion der schaubildenden Bestandteile erzeugt. Typische Beispiele der so erhältlichen verwendbaren Schäume sind die Polyuräthane vom Äther oder Estertyp.

Polyuräthane, die bereits unmittelbar die erwünschte offene Porenstruktur besitzen, können beispielsweise durch die Reaktion von Diisocyanaten und einem Polyol in der Gegenwart eines Blähmittels, z. B. CO_2 , das durch die Reaktion eines Überschusses des Diisocyanats mit Wasser entsteht, vorzugsweise in Gegenwart von

oberflächenaktiven Stoffen, z. B. auf Silikonbasis, und eines Katalysators, z. B. Zinnkatalysator, hergestellt werden.

Ein anderer Schaum mit geeigneter offener Porenstruktur ist Polyvinylchlorid-Schaum, der durch chemische Aufblähung, insbesondere im Leichtgewicht-Vinyl-Strangpreß-Verfahren, hergestellt wird.

Sogenannter Reaktionsphenol-Schaum ist auch mit geeigneter offener Zellenstruktur erhältlich.

Wegen ihrer chemischen und Temperaturstabilität eignen sich für viele Zwecke besonders die geschäumten Silikonharze, insbesondere Silikongummischäume, die ebenso wie manche der oben genannten Schäume auch erfolgreich durch Schäumung im geschlossenen Raum selbst an Ort und Stelle hergestellt werden können.

Es kommt auch vor, daß die Schaumtextur zunächst weniger vollkommen ist als in der Abbildung in Fig. 2, insbesondere durch das Vorhandensein einiger Lamellen zwischen den Skelettverstrebnungen des Schaums. Unter Umständen lassen sich die Lamellen durch mechanisches Bersten entfernen, doch hilft man sich vorzugsweise durch chemisches Wegätzen oder durch Lösung der Lamellen mit Lösungsmitteln. Diese Verfahrensweise läßt sich auch auf einige geschäumte Schlacken bzw. Gläser, insbesondere Weichgläser, z. B. 10n KOH bei 95° C, beispielsweise 50 Stunden lang als wirksam erweist. Wärmebehandlung kann auch in manchen Fällen zu Erfolg führen. Im Falle von Polyuräthan-Schäumen werden Esterlösungsmittel verwendet, für Polyvinylchlorid und Epoxyharze eignen sich ketonartige Lösungsmittel, z. B. Methyläther-Keton.

Je nach dem Verwendungszweck der Vorrichtung sind erhebliche Variationsmöglichkeiten bezüglich der durchschnittlichen Porengröße möglich. In Fig. 3 befindet sich die Füllung 7 in einem Rohr 8 und bildet eine Adsorptionssäule oder eine chromatographische Säule, wobei die Bewegungsrichtung der beweglichen Phase, entweder Gas oder Flüssigkeit, durch die Pfeile 9 angedeutet wird. Die Füllung 7 nimmt eine der oben beschriebenen Formen an, und infolge ihrer besonderen Eigenschaften ist die durchschnittliche Säulendichte bis zur Kontaktfläche zwischen den Wandungen 8 und der Füllung 7 konstant. Um die Wandeffektneigung weiter zu verringern, ist das Füllmaterial vorzugsweise fest mit der Säulenwandung verbunden, beispielsweise damit in einem Stück hergestellt oder damit verklebt. Es ist auch möglich, insbesondere wenn die Füllung elastisch ist, daß die Füllung so dicht in die Säule paßt, daß praktisch keine Unregelmäßigkeit oder Unterbrechung an der Grenzfläche zwischen Säulenwand und Füllung auftritt.

Die Füllung kann mit der Säulenwand mittels eines dem zu trennenden Stoff gegenüber neutralen Klebstoffes, z. B. einen Epoxykunststoff oder Polyvinylacetat-Klebstoff, verbunden werden.

In zylindrische Stücke aufgeschnittener Polyuräthan-Schaum ließ sich auch erfolgreich mit der Innenseite eines Polymethyl-Methakrylat-Rohres durch bloßes Anfeuchten des Schaums mit Chloroform verkleben. Dadurch schwoß der Schaum an und drückte sich fest gegen die Rohrwandung. Gleichzeitig wirkte das Chloroform als Lösungsmittel auf die Rohrwandung, wodurch die Verklebung zustande kam.

Kunststoffschäume wie Polyuräthan können mit heißem Draht in die gewünschte Form geschnitten werden.

Das poröse Füllmaterial kann auch in Streifen auf-

geschnitten werden und nach Zwischenbau undurchlässiger Streifen zwischen die angrenzenden porösen Streifen zwischen zwei Platten eingebaut werden, wonach die Streifenenden miteinander durch Rohrbiegungen geringeren Durchmessers verbunden werden und eine Säule mit einer wirksamen Gesamtlänge entsteht, die der Summe der Streifenlängen entspricht, eine Anordnung, die sich beispielsweise für die Gas- oder Flüssigkeitschromatographie eignet.

Viele Stoffe lassen sich auch in situ im Säuleninnern aufschäumen oder versintern, wobei im allgemeinen eine unmittelbare Verbindung der Füllung mit den Wandungen zustande kommt.

Die Säulenwandung 8 braucht nicht unbedingt starr zu sein. Schmiegsame Arten der Füllung, z. B. biegsames Polyuräthan, Polyvinylchlorid oder Silikongummi, kann eingebaut in biegsame Schläuche, z. B. aus Kunststoff, geliefert werden, damit der Benutzer einfach die jeweils erwünschte Säulenlänge abschneiden kann, um sie dann mit einem entsprechend konstruierten Säuleneingang und -ausgang zu verbinden.

Auch in diesem Fall wird der Schaum oder die sonstige Füllung beispielsweise in situ hergestellt bzw. in einen vorgefertigten Kunststoffschlauch eingespritzt, das für manche Zwecke ganz dünnwandig, z. B. wenige Hundertstel eines Millimeters, und für andere Zwecke wesentlich stärker, z. B. mit mehreren Millimetern Wandstärke, sein kann.

In anderen Fällen wird das vorgefertigte Füllmaterial nachträglich von einer Haut, d. h. der Säulenwandung, umgeben. Ferner ist es möglich, die Füllung und die Säulenwandung gleichzeitig, z. B. durch gleichzeitige konzentrische Extrusion, herzustellen.

Als Material für die Haut eignen sich je nach Verwendungszweck der Säule beispielsweise Polyäthylen, Polyvinylchlorid, Polyamide, Polyazetale, Polyuräthane und verschiedene natürliche oder synthetische Elastomere. In manchen Fällen besteht die Haut aus dem Schaummaterial selbst bzw. ist damit fest verwachsen.

Ferner ist es möglich, einen Schlauch aus wärmeschrumpfendem Kunststoff äußerlich über das vorgefertigte Füllmaterial zu ziehen und dann durch Erwärmung fest auf das Füllmaterial aufzuschrumpfen. Das Chromatogramm gemäß Fig. 15 wurde beispielsweise mit einer so hergestellten Säule erhalten.

Die Erfindungsmerkmale eignen sich für die Chromatographie in jedem Ausmaß, von mikroanalytisch bis zu großtechnischen präparativen Trennungen.

Besonders vorteilhafterweise wird die Erfindung auf großtechnische Trennsäulen, insbesondere Säulen mit einem Durchmesser von mindestens 10 cm, vorzugsweise mindestens 30 cm, insbesondere mindestens 1 m, angewandt. Solche Säulendurchmesser lassen sich in der Chromatographie überhaupt nicht erfolgreich mit herkömmlichen Säulenfüllungen ohne unannehmliche Verluste an Trennfähigkeit verwenden. In chromatographischen Säulen wird bevorzugt, daß die durchschnittliche Querschnittsfläche der einzelnen Poren verhältnismäßig klein ist und nicht mehr als 1 %, vorzugsweise nicht mehr als 0,1 %, insbesondere weniger als 0,01 %, der Säulenquerschnittsfläche beträgt. Gemäß einiger Ausführungen können die Poren mikroskopisch klein sein, unabhängig vom Säulenquerschnitt.

Andererseits, insbesondere im Falle von Säulen sehr großen Durchmessers, z. B. 30 cm und mehr, lassen sich auch größere Poren, z. B. mit einem Durchmesser bis

zu 1 cm oder größer, und einem entsprechend verringerten Druckverlust durch die Säule auf Kosten einiger Trennleistung verwenden. Es ist besonders interessant festzustellen, daß mit einigen Füllungen der Textur gemäß Fig. 2 bereits Bodenhöhen von weniger als dem durchschnittlichen Porendurchmesser festgestellt wurden.

Das Füllmaterial kann selbst direkt als stationäre Phase dienen bzw. oberflächenbehandelt werden, z. B. chemisch, um dadurch selbst als stationäre Phase oder sonst als Träger für ein nachträglich aufgetragenes stationäres Phasenmaterial zu dienen. Im letzteren Falle kann die stationäre Phase als feste Deckschicht, z. B. eine Schicht aus kolloidalem Kohlenstoff, einem Niederschlag von aktivem Aluminiumoxyd oder einer Gelschicht, insbesondere einem Niederschlag von Kieselgel oder Kunststoff, z. B. Ionenaustauscherharz, sein. Die Füllung eignet sich auch besonders als Träger für die verschiedensten in der Technik als stationäre Phase bekannten Flüssigkeiten, sowohl polar als auch nichtpolar. Wenn nötig, kann das Füllmaterial behandelt werden, z. B. mit Monochlortrimethylsilan oder Dichlordimethylsilan, um dadurch die Polarität der Füllungs Oberfläche in an sich bekannter Weise zu verringern. Danach wird dann die Füllung in an sich bekannter Weise mit der entsprechenden zurückhaltenden Phase imprägniert.

Falls die Säulenfüllung beispielsweise aus Polyäthylen, Polyvinylchlorid oder Polystyrol besteht, ist es auch möglich, die Oberflächen der Poren zwecks Erzielung von Ionenaustauschereigenschaften der Füllung zu sulfonieren. In anderen Fällen wird die Säule erst vorimprägniert, z. B. mit einem Silan, und danach sulfoniert.

Wegen der äußerst geringen Druckverluste durch einige der hier beschriebenen Füllstoffe wird es auch möglich, chromatographische Trennungen, Stoffanreicherungen oder Reinigungen im großtechnischen Ausmaß im Innern von Rohrleitungen durchzuführen, während das Material durch solche Rohrleitungen von einem Ort zum anderen transportiert wird.

Die gezeigten Porenstrukturen eignen sich ganz besonders für die Chromatographie bei hoher Geschwindigkeit, z. B. mehrere Größenordnungen schneller als bisher üblich war. Es ist ein arteigenes Kennzeichen der hier beschriebenen Füllmaterialien, daß sich in der Chromatographie ausgesprochen flache Strömungsgeschwindigkeitsprofile ergeben, im allgemeinen ohne wahrnehmbare «Fingerbildung». Die oben erwähnten ungewöhnlich hohen Betriebsgeschwindigkeiten lassen sich zur Erzielung erhöhter Durchsatz- bzw. Trenngeschwindigkeiten verwenden. Sie eignen sich auch zur noch weiteren Abflachung des Geschwindigkeitsprofils, insbesondere zur Ausschaltung jeglicher Wandeffekte. Falls die Strömungsgeschwindigkeit über einen gewissen Wert erhöht wird (der am besten als Reynolds-Zahl festgelegt wird) ergibt sich eine ziemlich plötzliche Verbesserung der Querstreuung und Vermischung infolge der Bildung von Wirbeln hinter den einzelnen festen Versperrungen (Plateaubereichen) der Füllung. Sofern die materialfördernde Phase flüssig ist, beträgt die bevorzugte Strömungsgeschwindigkeit mindestens 0,2, insbesondere mindestens 0,3 cm/sek, während im Falle eines Gases, und vorausgesetzt, daß die Art der zurückhaltenden Phase dies zuläßt, die bevorzugte lineare Fließgeschwindigkeit mehr als 15 cm/sek, vorzugsweise mehr als 20 cm/sek, insbesondere mindestens 30 cm/sek, beträgt.

Die außergewöhnlichen Merkmale des Füllmaterials

in Hinsicht auf den mechanischen Zusammenhalt und die einheitliche Porosität gestatten drastische Abweichungen von herkömmlichen Säulenkonstruktionen. Zum Beispiel ist es, falls erwünscht, ohne weiteres möglich, vom bisher üblichen kreisförmigen Säulenquerschnitt abzuweichen. Andere Vorrichtungen, z. B. die gemäß Fig. 13 und 14, können überhaupt nicht als Säulen im üblichen Sinne bezeichnet werden.

Verwendet man die Vorrichtung gemäß Fig. 2 als Adsorptionssäule, so tritt ihre hohe Durchlässigkeit als besonderer Vorteil zutage. Das Füllmaterial kann beispielsweise mit einer Flüssigkeit, einer festen Adsorbens- oder einem Einschlußverbindungen bildenden Stoff beschichtet sein.

Fig. 4 zeigt die Anwendung der Erfindung auf eine ansonsten herkömmliche kontinuierliche Destillationsvorrichtung, doch läßt sich die Erfindung selbstverständlich auch auf Laboratoriumsgeräte und absatzweise arbeitende Destillationsvorrichtungen anwenden. Die gezeigte Vorrichtung besitzt zwei Säulenabschnitte 10 und 11, die beide mit einer der oben beschriebenen Säulenfüllungen gefüllt sind, vorzugsweise mit der Schaumtextur gemäß Fig. 2. Das zu trennende Material wird in Dampfform bei 12 eingeführt. Die höher siedende Fraktion sammelt sich in der beheizten Blase 13 und wird von dort aus kontinuierlich bei 14 entzogen. Die nieder siedende Fraktion wird im Kühler 15 kondensiert, von wo Teil des Kondensats zum Säulenkopf als Rückfluß zurückgeführt wird, während der Rest durch den Kühler 16 entzogen wird und die leichtesten Dämpfe bei 17 kondensiert werden.

Im Falle von Destillationssäulen werden verhältnismäßig grobe Texturen, d. h. ununterbrochene Poren, verhältnismäßig großen Querschnitts zur Verringerung der Neigung zum Kotzen der Säulen bevorzugt. Im Falle großtechnischer Destillationsanlagen können die Poren Durchmesser von mehreren Zentimetern besitzen. Auch hier ist es wegen der Einheitlichkeit der Porosität und Unterdrückung der Wandeffekte möglich, Säulenquerschnitte zu verwenden, die von der üblichen runden Form abweichen. Auch für Destillationszwecke ist es möglich, die Oberfläche der Füllung durch entsprechende Behandlung mehr oder weniger polar zu machen, um dadurch die Netzungeigenschaften entsprechend zu ändern.

Die verschiedensten hier beschriebenen Füllmaterialien können auch mit einem entsprechenden Beschichtungsmaterial beschichtet werden, um dadurch die Füllungen gegen die Stoffe, mit denen sie in der Destillations- oder chromatographischen oder anderen Vorrichtung in Berührung kommen, zu schützen. Einige der hier beschriebenen Schäume wurden beispielsweise erfolgreich mit Wasserglas oder mit einem handelsüblichen Fußbodenbeschichtungsmaterial beschichtet.

Mit herkömmlichen Füllmaterialien ist die chromatische Elution im allgemeinen wegen mangelnder Einheitlichkeit und mangelndem Zusammenhang der Füllung nur in einer Richtung möglich. Mit den hier beschriebenen Füllungen wird es möglich, nacheinander in mehr als einer Dimension, z. B. wie bei der zweidimensionalen Papierchromatographie, zu eluieren und mit dem Vorteil einer erheblich erhöhten Kapazität, was sich als nützlich erweist, wenn komplizierte Mischungen, z. B. Mischungen von Aminosäuren, im präparativen Maßstab zu trennen sind. In Fig. 5 wird eine Vorrichtung für diesen Zweck schematisch abgebildet. Sie be-

sitzt einen Kasten 34, zwischen deren Boden und Deckel ein quadratischer Block 35 des Füllmaterials gemäß Fig. 2 eingelegt ist, und zwar so, daß ringsherum eine Lücke zwischen den Seiten des Blocks 35 und den Seitenwänden des Kastens 34 übrigbleibt. Diese Lücke ist mittels diagonaler Zwischenwände 36 in den Ecken so unterteilt, daß zwei Eluiermittel-Eintrittskammern 37 und 38, eine Ausgangskammer 39 gegenüber der Kammer 37 und eine mehrfach in kleinere Kammern 40 unterteilte Ausgangskammer gegenüber der Kammer 38 entstehen. Jede Eingangskammer besitzt einen Eingangsstutzen und jede Ausgangskammer einen Ausgangsstutzen. In der Nähe der Ecke zwischen den Kammern 37 und 38 befindet sich das Einführungssystem 41 für die Probe und wird von einer synthetischen Weichgummischeibe mit einer selbstschließenden Öffnung 42 verschlossen. Die Materialprobe wird durch die Öffnung 42 mit einer Injektionsspritze eingespritzt. Danach wird zunächst mit einem ersten Eluiermittel von der Kammer 37 aus durch die Füllung in Richtung auf die Kammer 39 eluiert. Diese Elution kann gegebenenfalls so lange fortgesetzt werden, bis bereits einige Bestandteile der Probe durch die Kammer 39 mit dem Eluat entzogen sind. Nachdem in vorher festgelegter Weise die verschiedensten Bestandteile der Probe verschieden weit mit dem ersten Eluiermittel gewandert sind, wird die Einführung des Eluiermittels bei 37 unterbrochen und wird von da an mit einem anderen Eluiermittel von der Kammer 38 aus in Richtung auf die Kammern 40 eluiert, so daß die verschiedenen Bestandteile nun zu verschiedenen Zeitpunkten bei den verschiedenen Kammern 40 ankommen.

Als eine Weiterbildung dieses Gedankens wird vorgesehen, daß die jeweiligen Seiten der Füllung 35, die sich parallel zur Elutionsrichtung befinden, beispielsweise mittels einer Verschlußeinrichtung 43, von der nur eine gezeigt wird, abgedeckt werden. Dies ist aber nur dann erforderlich, wenn eine Neigung des Eluiermittels zur Umgehung der Füllung festgestellt wird.

Fig. 6 ist mit der soeben beschriebenen Ausführung sowie mit gewissen Vorrichtungen zur Papier-Elektrophorese verwandt und besitzt eine Eintrittskammer 44 für das Eluat an einer Seite der Füllung 45 und eine Vielzahl von Ausgangskammern 46 längs der gegenüberliegenden Seite. Die übrigen beiden Seiten des Kastens werden von zwei Elektroden 47 und 48 geschlossen. Die Vorrichtung dient zur Trennung amphoterischer Stoffe, die durch eine Eingangsvorrichtung 47 wie in Fig. 13 eingeführt werden. Die Trennung findet durch Elution und gleichzeitige differenzierte seitliche Wanderung der Stoffe unter Einwirkung der angewandten Spannungsdifferenz statt. Im Vergleich zu aufgeschichteten Papierbogen bietet die Vorrichtung den Vorteil völliger Einheitlichkeit in sämtlichen Dimensionen.

Beispiel 1

Es wird eine Polyuräthan-Säule hergestellt mit der Schaumtextur gemäß Fig. 2, einem Hohlraumvolumen von 97 %, 30 Poren pro cm, Säulenlänge 187 cm, Durchmesser 0,25 cm. Zur Beschichtung des Schaumes mit Silikonöl wird dieses als 10 volumenprozentige Lösung in Petroleumäther eingeführt und das Lösungsmittel nachträglich abgedampft. Eine Probe eines Gemisches der Normalparaffine von C_1 bis C_8 (2,5 Mikroliter) wird eingeführt und mit Wasserstoff bei einer linearen Strömungsgeschwindigkeit von 10 cm/sek eluiert. Das in üblicher Weise aufgenommene Chromatogramm, das

wie üblich von rechts nach links zu lesen ist, wird in Fig. 7 abgebildet. Die erste Spitze ist auf Butan zurückzuführen, gefolgt von Pentan, Hexan, Heptan und Oktan. Der Druckverlust war nur zwischen 1 und 1,5 at.

Beispiel 2

Die gleiche Säule wird bei verschiedenen Strömungsgeschwindigkeiten auf Bodenhöhe geprüft. Mit flüssigen Eluiermitteln ergibt sich vollständige Querstreue und eine sich daraus ergebende Minimumbodenhöhe von 1 mm bei 0,3 cm/sek.

Mit einem Trägergas als Eluiermittel beträgt die Bodenhöhe bei 15 cm/sek 0,5 mm und fällt auf 0,2 mm bei 30 cm/sek. Das Gefälle der Meßwertkurve zeigt an, daß dies etwa dem Optimum entspricht. Eine andere ähnliche Füllung mit 40 Poren pro cm ergibt eine Bodenhöhe von 0,1 mm bei 30 cm/sek.

Beispiel 3

Detektorsonden werden in verschiedenartige Füllungen einer Säule mit 5 cm Durchmesser eingeführt. In herkömmlichen Säulen ist die Fingerbildung deutlich erkennbar und wird ein starker Wandeffekt festgestellt. Mit einer Füllung der Eigenschaften wie in den vorangegangenen Beispielen wird überhaupt keine Fingerbildung festgestellt und ist der Wandeffekt sehr viel weniger stark entwickelt. Daraus ergibt sich, daß sich die Füllung auch für Säulen beliebig viel größerer Durchmesser eignet.

Beispiel 4

Eine Silikongummischäumsäule wird mit medizinalem Paraffin imprägniert. Das Hohlraumvolumen beträgt 85 % mit etwa 20 Poren pro cm. 70 % wäßriges Azeton wird mit medizinalem Paraffin gesättigt und dient als mobile Phase. Ein Gemisch von Palmitin- und Stearinsäure wird in einem kleinen Volumen der mobilen Phase gelöst und in der üblichen Weise auf die Säule aufgegeben, wonach mit weiteren 70 % wäßrigem Azeton eluiert wird. Die Säulentemperatur beträgt 30° C (Doppelwandung mit Warmwasserzirkulation). Bei 0,3 cm/sek Fließgeschwindigkeit findet eine völlige Trennung der Palmitinsäure von der Stearinsäure statt. Säulenlänge 30 cm.

Beispiel 5

Eine erfindungsgemäße Säule wird innerlich mit einer hoch absorbierenden Kohlenstoffschicht wie folgt beschichtet:

Die Säule wird mit einer Dispersion des kolloidalen Kohlenstoffs in einem sehr flüchtigen Lösungsmittel gefüllt. Solche Dispersionen sind handelsüblich. Das flüchtige Lösungsmittel wird vorsichtig abgedampft und die kolloidale Kohlenstoffschicht bleibt zurück. Die Dicke der Kohlenstoffschicht kann nach Wunsch durch Einstellung der Konzentration der Dispersion eingestellt werden.

Die so erhaltene Säule läßt sich zum Beispiel zur Trennung von Sauerstoff- und Stickstoffgas mit Wasserstoff oder Helium als mobile Phase verwenden. Die Trennbedingungen sind an sich bekannt.

Die aktive Kohlenstoffschicht kann auch in an sich bekannter Weise durch Behandlung mit Squalin deaktiviert werden und eignet sich dann zur Trennung von beispielsweise Propan und Butan oder ähnlichen Trennaufgaben. Die Chromatogramme werden in an sich bekannter Weise erhalten.

Beispiel 6

Vergleichsversuche wurden mit einer doppelwandigen Destillationssäule, Innendurchmesser 50 mm, Länge

90 cm, durchgeführt. Die folgenden Füllungen wurden verglichen:

a) Podbielniak Spiralnetz;

b) Normal geschüttete Porzellan-Raschig-Ringe,

6 × 6 mm;

c) Polyuräthan-Schaum gemäß Fig. 2, Hohlraumvolumen 97 %, Porengröße etwa 5 mm.

Bodenhöhenmessungen wurden mit der Testmischung n-Heptan-Methylcyclohexan durchgeführt. Die folgenden Meßwerte wurden wahrgenommen:

Füllung	a	b	c
Durchsatzgeschwindigkeit (ml/h)	4000	5000	5000
Betriebinhalt (ml)	160	290	120
Druckverlust (mm Hg)	5	23	5
Bodenhöhe (cm)	1,3	12	1,1

Außerdem wurde die maximale Durchsatzgeschwindigkeit, d. h. unmittelbar vor dem Kotzen der Säule, wie folgt bestimmt:

a) 6000 ml/h

b) 5200 ml/h

c) 6000 ml/h

Die Ergebnisse zeigen, daß die Füllung c) der Füllung b) bei weitem überlegen ist und auch im Vergleich zur sehr teuren Füllung a) günstig abschneidet.

PATENTANSPRUCH I

Vorrichtung für Trennverfahren, bei welchen die zu trennenden Stoffe jeweils zwischen zwei sich berührenden Phasen einem Phasen-Gleichgewicht zustreben, wobei die eine Phase durch einen porösen Trennraum an der anderen Phase entlangströmt, und die Berührung zwischen den Phasen an den Porenoberflächen des Trennraumes stattfindet, dadurch gekennzeichnet, daß das poröse Material (7) im Raum (8) im wesentlichen die Porentextur eines offenporigen Schaumes besitzt, wobei die Poren des Schaumes Kanäle für die jeweils durch den Raum strömende Phase bzw. Phasen darstellen und entweder die Oberfläche des Schaumes selbst oder ein auf dieser Oberfläche befindliches Material die zweite Phase darstellt.

UNTERANSPRÜCHE

1. Vorrichtung gemäß Patentanspruch I, dadurch gekennzeichnet, daß die Porositätseigenschaften des gesamten Materials sowohl quer zur Nettoströmungsrichtung (9) als auch in der Nettoströmungsrichtung (9) selbst im wesentlichen einheitlich sind.

2. Vorrichtung gemäß Patentanspruch I, dadurch gekennzeichnet, daß das poröse Material (7) mit einer Wand (8) festverbunden ist.

3. Vorrichtung gemäß Patentanspruch I, dadurch gekennzeichnet, daß das Material mindestens zu 45 % seines Gesamtvolumens aus offenen Poren besteht.

4. Vorrichtung gemäß Patentanspruch I, dadurch gekennzeichnet, daß das Material mindestens zu 80 % seines Gesamtvolumens aus offenen Poren besteht (Fig. 2).

5. Vorrichtung gemäß Patentanspruch I, dadurch gekennzeichnet, daß sie als chromatographische Trennvorrichtung eingerichtet ist (Fig. 3).

6. Vorrichtung gemäß Patentanspruch I, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Destillationsapparatur eingerichtet ist.

7. Vorrichtung gemäß Patentanspruch I, dadurch gekennzeichnet, daß sich das poröse Material in einem

wandumschlossenen, mit Einlaß- und Auslaßöffnungen versehenen Raum befindet.

8. Vorrichtung nach Unteranspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß der das poröse Material enthaltende Trennraum eine Rohrleitung ist, an deren einem Ende sich eine Einlaßöffnung und an deren anderem Ende sich eine Auslaßöffnung befindet.

PATENTANSPRUCH II

Verfahren zum Betrieb der Vorrichtung gemäß Patentanspruch I zur Trennung von Stoffen, dadurch gekennzeichnet, daß die eine Phase durch die Poren des porösen Materials mit der Porentextur eines offenporigen Schaumes strömen gelassen wird und die andere Phase an der Porenoberfläche des Schaumes berührt und über diese Phase hinwegströmt, wobei die andere Phase entweder vom offenporigen Schaum bzw. dessen Oberfläche selbst dargestellt wird oder auf der Oberfläche aufgetragen ist.

UNTERANSPRÜCHE

9. Verfahren gemäß Patentanspruch II, dadurch gekennzeichnet, daß eine chromatographische Trennung durchgeführt wird und daß die Strömungsgeschwindigkeit mindestens auf einen vorausbestimmten Wert eingestellt wird, bei dem die Quervermischung etwaige Geschwindigkeitsprofileffekte im wesentlichen auswischt.

10. Verfahren gemäß Patentanspruch II oder Unteranspruch 9, durchgeführt mit einer gasförmigen beweglichen Phase, dadurch gekennzeichnet, daß deren Geschwindigkeit auf mindestens 15 cm/sec eingestellt wird.

11. Verfahren gemäß Patentanspruch II oder Unteranspruch 9, durchgeführt mit einer flüssigen beweglichen Phase, dadurch gekennzeichnet, daß deren Geschwindigkeit auf mindestens 0,2 cm/sec eingestellt wird.

12. Verfahren gemäß Patentanspruch II, dadurch gekennzeichnet, daß nacheinander in mindestens zwei Dimensionen der dreidimensionalen Füllung eluiert wird.

13. Verfahren gemäß Patentanspruch II, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Vorrichtung gemäß Unteranspruch 7 betreibt, indem man die zu trennenden Stoffe am Einlaßende einführt und sie durch die Rohrleitung zum Auslaßende hinbefördert.

PATENTANSPRUCH III

Verfahren zur Herstellung einer Vorrichtung gemäß Unteranspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Material in flüssiger Form entweder mit der Porentextur eines offenporigen Schaumes versehen und dann fixiert wird, oder mit einem entfernbaren festen Material versehen fixiert und das feste Material unter Zurücklassung von Poren entfernt wird, und davor oder danach in einen von Wänden umschlossenen Raum eingeschlossen wird, der entsprechende Einlaß- und Auslaßöffnungen besitzt.

UNTERANSPRÜCHE

14. Verfahren gemäß Patentanspruch III, dadurch gekennzeichnet, daß die Oberflächen der Poren nach der Fixierung mit einer stationären Phase beschichtet werden.

15. Verfahren gemäß Patentanspruch III, dadurch gekennzeichnet, daß die Porenoberflächen nach der Fixierung zur Erzeugung von Austauschstellen chemisch behandelt werden.

16. Verfahren gemäß Patentanspruch III, dadurch gekennzeichnet, daß die Herstellung der Porentextur und Fixierung durch Aufschäumung im flüssigen Zustand und Härtung des Schaumes durchgeführt wird.

17. Verfahren gemäß Patentanspruch III, dadurch gekennzeichnet, daß zunächst ein Aggregat eines körnigen Materials, eingebettet in ein Grundgefüge aus dem flüssigen Material hergestellt, das Grundgefüge zur Erstarrung gebracht und dadurch fixiert wird und das körnige Material unter Zurücklassung entsprechender Poren im Grundgefüge, das dadurch die Textur eines offenporigen Schaumes erhält, entfernt wird.

Victor Pretorius

Hans Helmut Hahn

Vertreter: E. Blum & Co., Zürich

Anmerkung des Eidg. Amtes für geistiges Eigentum:

Sollten Teile der Beschreibung mit der im Patentanspruch gegebenen Definition der Erfindung nicht in Einklang stehen, so sei daran erinnert, daß gemäß Art. 51 des Patentgesetzes der Patentanspruch für den sachlichen Geltungsbereich des Patentes maßgebend ist.

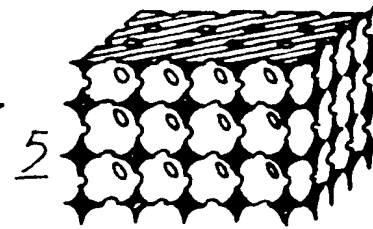
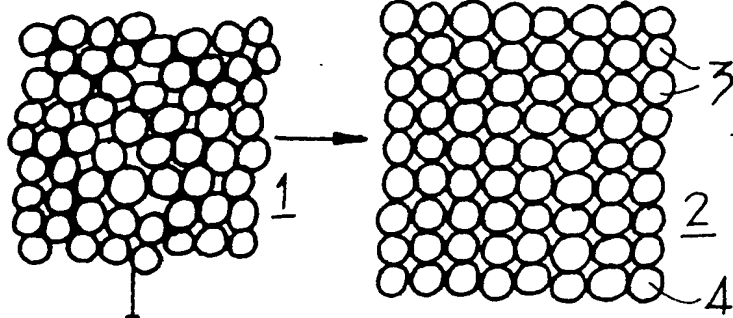


FIG. 2

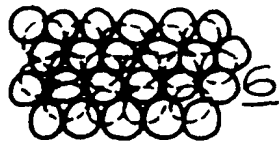


FIG. 3

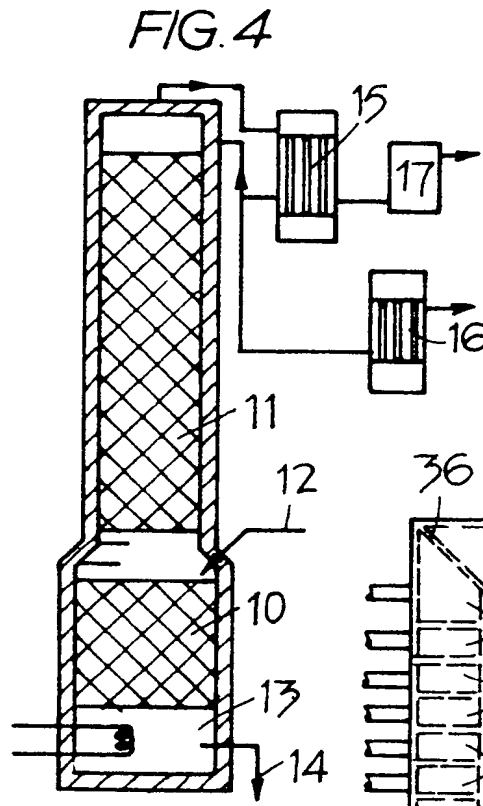
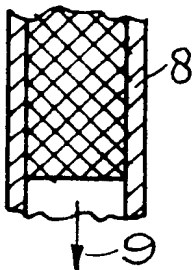
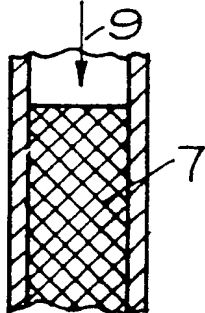


FIG. 4

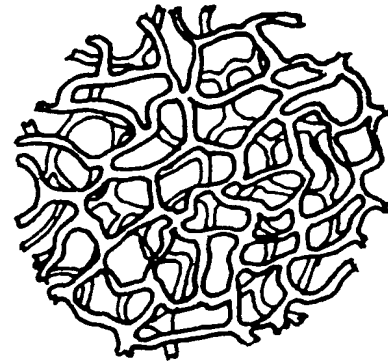


FIG. 5

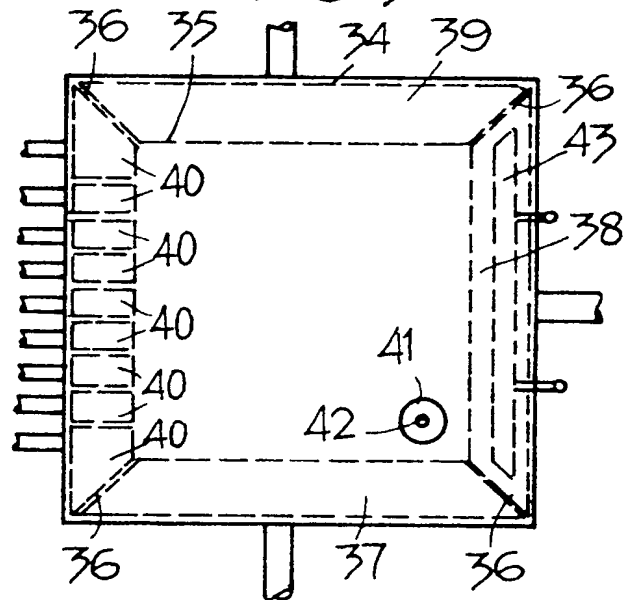


FIG. 6

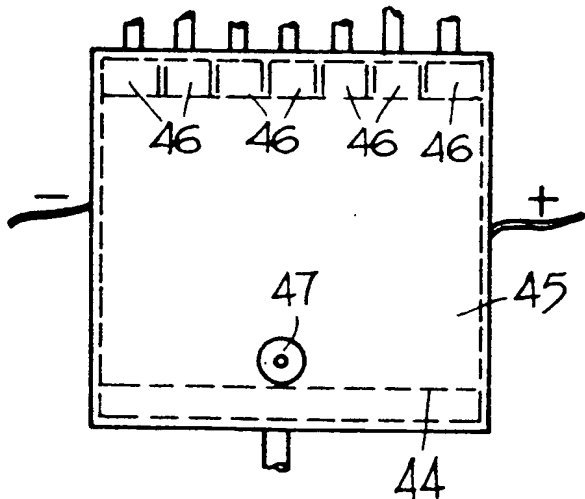


FIG. 7

